

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant: Yuko Miyake  
Serial No.:  
Conf. No.:  
Filed: 03/08/2004  
For: MAGNETIC THIN FILM AND  
METHOD OF  
MANUFACTURING THE  
SAME  
  
Art Unit:  
Examiner:

*I hereby certify that this paper is being deposited with the United States Postal Service as EXPRESS MAIL in an envelope addressed to: MS Patent Application, Commissioner for Patents, Alexandria, VA 22313-1450, on this date.*

03/08/04

Date Express Mail No. EV032736817US

CLAIM FOR PRIORITY

Mail Stop Patent Application  
Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Dear Sir:

Applicants claim foreign priority benefits under 35 U.S.C. § 119 on the basis of the foreign application identified below:

Japanese Patent Application No. 2003-317040, filed September 9, 2003

A certified copy of each priority document is enclosed.

Respectfully submitted,

GREER, BURNS & CRAIN, LTD.

By



Patrick G. Burns  
Registration No. 29,367

March 8, 2004  
300 South Wacker Drive  
Suite 2500  
Chicago, Illinois 60606  
Telephone: 312.360.0080  
Facsimile: 312.360.9315

2309.69966  
312.360.0080

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日                      2 0 0 3 年    9 月    9 日  
Date of Application:

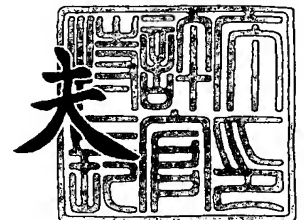
出 願 番 号                      特 願 2 0 0 3 - 3 1 7 0 4 0  
Application Number:  
[ST. 10/C]:                      [ J P 2 0 0 3 - 3 1 7 0 4 0 ]

出      願      人                      富 士 通 株 式 会 社  
Applicant(s):

2 0 0 4 年    1 月 2 8 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号    出証特 2 0 0 4 - 3 0 0 3 7 1 3

【書類名】 特許願  
【整理番号】 0352122  
【提出日】 平成15年 9月 9日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【国際特許分類】 G11B 5/31  
【発明者】  
    【住所又は居所】 神奈川県川崎市中原区上小田中 4 丁目 1 番 1 号 富士通株式会社  
                                内  
    【氏名】 三宅 裕子  
【発明者】  
    【住所又は居所】 神奈川県川崎市中原区上小田中 4 丁目 1 番 1 号 富士通株式会社  
                                内  
    【氏名】 金子 大樹  
【特許出願人】  
    【識別番号】 000005223  
    【氏名又は名称】 富士通株式会社  
【代理人】  
    【識別番号】 100077621  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 綿貫 隆夫  
【選任した代理人】  
    【識別番号】 100092819  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 堀米 和春  
【手数料の表示】  
    【予納台帳番号】 006725  
    【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
    【物件名】 特許請求の範囲 1  
    【物件名】 明細書 1  
    【物件名】 図面 1  
    【物件名】 要約書 1  
    【包括委任状番号】 9803090

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

FeCo/NiFe積層膜と、該FeCo/NiFe積層膜を下地膜としてめっきにより形成されたFeCoめっき薄膜とから成ることを特徴とする磁性薄膜。

**【請求項 2】**

FeCo/NiFe積層膜を下地膜としてめっきによりFeCoめっき薄膜を形成してなる磁性薄膜の製造方法であって、

前記FeCoめっき薄膜をパルスめっきによって形成することを特徴とする磁性薄膜の製造方法。

**【請求項 3】**

FeCo/NiFe積層膜を下地膜としてめっきによりFeCoめっき薄膜を形成してなる磁性薄膜の製造方法であって、

めっき液として、 $[=C-SO_2-][-C-N-]$ 構造を含む有機添加剤が添加されためっき液を使用して、前記FeCoめっき薄膜を形成することを特徴とする磁性薄膜の製造方法。

**【請求項 4】**

ライトギャップを挟んで上部磁極と下部磁極が形成された磁気ディスク装置用の磁気ヘッドにおいて、

前記上部磁極および下部磁極のライトギャップ近傍に設ける磁性膜として、請求項 1 記載の磁性薄膜が使用されていることを特徴とする磁気ヘッド。

**【請求項 5】**

ライトギャップを挟んで上部磁極と下部磁極が形成された磁気ディスク装置用の磁気ヘッドにおいて、

コア磁極材として、FeCoRuの合金組成が $Fe_xCo_yRu_z$  ( $x+y+z=100at\%$ )で表され、Feの組成比が  $50 \leq x \leq 80at\%$ 、Coの組成比が  $20 \leq y \leq 50at\%$ 、Ruの組成比が  $0.2 \leq z \leq 1at\%$ 、であるFeCoRuめっき薄膜からなる磁性薄膜が使用されていることを特徴とする磁気ヘッド。

## 【書類名】明細書

【発明の名称】磁性薄膜およびその製造方法並びに磁性薄膜を用いた磁気ヘッド

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は磁性薄膜および磁性薄膜の製造方法、並びに磁性薄膜を用いた磁気ヘッドに関し、より詳細には、めっきによって形成することができ、高飽和磁束密度、低保磁力を備えることから、磁気ディスク装置に用いられる磁気ヘッドの磁性材として好適に使用することができる磁性薄膜およびその製造方法並びに磁性薄膜を用いた磁気ヘッドに関するものである。

## 【背景技術】

## 【0002】

図2は、磁気ディスク装置に用いられる磁気ヘッドの要部の構成を模式的に示す断面図である。同図で10がMRヘッドの下部シールド層、12がMRヘッド、14がMRヘッドの上部シールド層である。この上部シールド層14はライトヘッドの下部磁極を兼ねている。

16は下部磁極14に形成した端部磁極であり、17は端部磁極16の表面を被覆する磁性層である。18は下部磁極14に対向して形成された上部磁極である。19は磁性層17に対向して上部磁極18の内層側の表面を被覆する磁性薄膜である。磁気ヘッドの端面における磁性層17と磁性薄膜19との間隔がライトギャップAとなる。20は導体コイルである。

## 【0003】

磁気ディスク装置に用いられる磁気ヘッドは、高記録密度に対応できるようにするためライトギャップAを狭間隔にし、ライトヘッドコア先端の幅をできるだけ狭く形成すること、ライトヘッドを構成する磁性材料として飽和磁束密度Bsができるだけ大きく、かつ軟磁性（低保磁力）である磁性材料を使用することが求められる。磁性材料の保磁力が大きいと、磁気ヘッドを駆動した際の電流応答性が悪くなり記録特性を劣化させ、また、特に高周波帯域で問題となるヒステリシス損失の原因となり高周波帯域での記録特性を劣化させることになるからである。

図2に示すように、上部磁極18はライトヘッドの先端に磁束を集中させるため、その先端を段差状に屈曲して形成するとともに、3～4 $\mu$ m程度の厚膜に形成する必要がある。このため、従来は、析出効率が高く、選択成膜に優れためっき法によって磁極を形成している。

## 【0004】

ライトヘッドの磁極を形成する方法として、従来は、45NiFeを直流電流で成膜して磁性膜（飽和磁束密度  $B_s \approx 1.5T$ ）とする方法が行われているが、記録密度の向上にともない、磁性材料としてさらに大きな飽和磁束密度を有するものが要求され開発が進められている。

磁気ヘッドに使用する磁性材料については、CoNiFeめっき膜によるもの（特許文献1参照）、NiFeめっき膜によるもの（特許文献2参照）、CoFe系めっき膜によるもの（特許文献3、4、5参照）等の種々の出願がある。

【特許文献1】特開平11-741227号公報

【特許文献2】特開2002-208109号公報

【特許文献3】特開2002-280217号公報

【特許文献4】特開2003-45719号公報

【特許文献5】特開2003-34891号公報

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0005】

上記特許文献1には、飽和磁束密度 $B_s \geq 2.0T$ 、かつ良好な軟磁気特性を有するCoNiFeめっき膜からなる磁性膜が開示されているが、このめっき膜は応力が大きく、膜厚制御がシ

ビアであるという問題を有している。

また、特許文献2には、飽和磁束密度 $B_s=1.9\text{T}$ の高 $B_s$ を備え、かつ高耐食性を有するNiFeめっき膜からなる磁性膜が開示されている。しかしながら、現在要求される飽和磁束密度には達していない。

特許文献3、4は、さらに高い飽和磁束密度を有する磁性材料の要求に対し、Feを主成分とする磁性材料として提案されたものである。特許文献3は、飽和磁束密度 $B_s=2.25\sim 2.3\text{T}$ のFeCoめっき膜の製造方法に関するもので、磁性材料として高い飽和磁束密度を有している。特許文献4は、耐食性を向上させるためにFeCoに貴金属系の第3元素を添加した磁性材料に関するものであり、飽和磁束密度 $B_s=2.2\text{T}$ 、かつ高耐食性の特性を兼ね備えている。しかしながら、特許文献3、4に記載されている磁性材料は、保磁力が $1500\text{A/m}$ 以上であり、従来の軟磁性膜と比較して大きい値となっている。このため、磁気ヘッドの記録特性を劣化させるという問題がある。

#### 【0006】

磁性材料の低保磁力化は、従来、めっき膜中に不純物を混入させ、めっき膜の微結晶化を図る方法や高温で熱処理する方法により行ってきた。しかし、高い飽和磁束密度が要求されるFeCoまたはCoNiFe系材料では、不純物の混入はできるだけ抑制する必要がある。また、高温での熱処理は、ライトヘッドを作製するプロセスが、磁気ヘッド作製プロセスの終盤にあたるため、読み取りヘッドへの影響がない温度範囲で行う必要があり、不適当である。そのため、高飽和磁束密度が得られるFeCoめっき膜を低保磁力とすることは困難であった。

#### 【0007】

また、めっき膜を形成するためには、めっき下地膜が必要であり、一般的にめっき下地膜は、めっき膜と同様の組成および同程度の飽和磁束密度を有する膜を真空装置を用いて形成している。高飽和磁束密度を有するめっき下地膜としては、FeN、FeCo、FeCoO、FeCoAlOなどが知られている。FeCoOおよびFeCoAlOは比抵抗が約 $100\mu\Omega\text{cm}$ と高く、めっき下地膜とした場合、めっき膜の膜厚のばらつきが発生しやすくなるため、めっき下地膜としてはあまり適当ではない。FeNおよびFeCoは高 $B_s$ で比抵抗も低くめっき下地膜として使えるが、酸性の液体に対する耐食性が低いため、めっき時にめっき液によって溶解されるという問題があった。

#### 【0008】

そこで、本発明はこれらの課題を解決すべくなされたものであり、その目的とするところは、高い飽和磁束密度を備え、とともに優れた軟磁性特性を備え、磁気ディスク装置の磁気ヘッドを構成する磁極材等として好適に使用することができる磁性薄膜およびその製造方法並びに磁性薄膜を用いた磁気ヘッドを提供するにある。

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【0009】

本発明は、上記目的を達成するため次の構成を備える。

すなわち、本発明に係る磁性薄膜は、FeCo/NiFe積層膜をめっき下地膜とし、このめっき下地膜にFeCoめっき薄膜を形成したことを特徴とする。前記FeCoめっき薄膜の結晶構造を、bcc(110)、bcc(200)、bcc(220)のX線回折ピークを有し、かつbcc(110)とbcc(200)の回折強度の比が $I_{110}/I_{200}<0.8$ となるように制御することによって、飽和磁束密度 $B_s$ を劣化させることなく、保磁力が $600\text{A/m}$ 以下という良好な軟磁気特性を有する磁性薄膜として得ることができる。

#### 【0010】

FeCoめっき薄膜は、FeCo合金組成を $\text{Fe}_x\text{Co}_{1-x}$ と表した場合、 $50\leq x\leq 80\text{wt\%}$ とすることによって、高飽和磁束密度材料として従来使用されてきた代表的なCoNiFe系材料の最大飽和磁束密度よりも高い飽和磁束密度  $B_s\geq 2.25\text{T}$ を得ることができる。

さらに、 $65\leq x\leq 75\text{wt\%}$ の組成範囲とすることで、飽和磁束密度  $B_s\geq 2.3\text{T}$ 、かつ困難軸方向の保磁力 $400\text{A/m}$ 以下の特性を得ることができる。

また、NiFeはFeCoに比べて酸性液体に対する耐食性が優れるため、FeCoめっき薄膜の下

地膜としてFeCo/NiFe積層膜を使用することにより、下地膜が形成された基板をめっき液に浸漬してめっき通電されるまでの間、めっき後通電が切れ、液から基板を取り出すまでの間に、めっき液により下地膜が腐食されることを防ぐことができる。

#### 【0011】

また、FeCoめっき薄膜を形成するときの製造技術としては、パルスめっき法が有効である。パルスめっき法とは、電流を印加する時間と印加しない時間を設定して一つの周期とし、その周期を適当な周波数で駆動する方法で、これにより、FeCoのようなbcc構造で柱状成長しやすいめっき膜も平滑に形成することができる。また、応力緩和剤としてサッカリンナトリウムを添加し、かつ導電性付与剤を添加する場合には、カチオンがアルカリ金属である導電性付与剤を添加する。これにより、約5nmと光沢性の優れる膜が、5 $\mu$ m以上成膜可能となる。導電性付与剤にカチオンがアルカリ金属である試薬を用いることで、FeCoめっき薄膜に混入する不純物元素濃度を低下させることができ、飽和磁束密度Bsの低減を抑制することができる。

#### 【0012】

FeCoめっき膜の低保磁力化の別の方法として、FeCoめっき膜にRuを添加し、FeCoRuの合金を形成する。これにより、FeCoの結晶が微細化して柱状成長を抑制し、保磁力を低下させることができる。FeCoRuめっき薄膜としては、合金組成が $\text{Fe}_x\text{Co}_y\text{Ru}_z$  ( $x+y+z=100\text{at}\%$ )で表され、Feの組成比が $50 \leq x \leq 80\text{at}\%$ 、Coの組成比が $20 \leq y \leq 50\text{at}\%$ 、Ruの組成比が $0.2 \leq z \leq 1\text{at}\%$ 、であるFeCoRuめっき薄膜が磁性薄膜として好適に使用できる。Ruの添加量は飽和磁束密度Bsに影響するが、Ru濃度が1at%以下として、飽和磁束密度Bsが1.9T以上、かつ困難軸方向保磁力が160 A/m以下の特性が得られる。

#### 【発明の効果】

#### 【0013】

本発明に係る磁性薄膜は、FeCo/NiFe積層膜をめっき下地膜とし、このめっき下地膜にFeCoめっき薄膜を形成することによって、高飽和磁束密度と良好な軟磁性特性を備えた磁性薄膜として得ることができ、磁気ヘッドを形成する磁性材等として好適に使用することが可能である。FeCoめっき薄膜は厚膜形成も可能であり、形状、プロセスに関係なく全ての構造の記録ヘッドに適用でき、高保磁力媒体への記録が可能になり、記録密度の向上を図ることができる。めっき時の下地膜の溶解を抑制できるため、信頼性が向上し、磁気ヘッドの製造歩留まり向上に寄与できる。

また、FeCo合金にRuを $\text{Ru} \leq 1\text{at}\%$ 添加することで、困難軸方向の保磁力を $H_c \leq 160 \text{ A/m}$ に低減することが可能となり、軟磁性膜として磁気ヘッドのコア材料に好適に使用することが可能となる。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

#### 【0014】

図1に、本発明に係る磁性薄膜を適用した磁気ヘッドの構成を模式的に示す。同図で下部シールド層10、MRヘッド12、下部磁極14、上部磁極18、導体コイル20等の磁気ヘッドを構成する基本構成は図2に示す従来の磁気ヘッドと変わるものではない。

本実施形態の磁気ヘッドで従来の磁気ヘッドと構成上で相異している点は、ライトギャップAを挟んで上部磁極18側に形成した磁性薄膜19の構成である。すなわち、本実施形態の磁気ヘッドは、上部磁極18に形成する磁性薄膜19を、FeCo/NiFe積層膜からなる下地膜19aとこの下地膜19aにめっきにより形成したFeCoめっき薄膜19bとから形成したことを特徴とする。

#### 【0015】

FeCo/NiFe積層膜を下地膜19aとして、めっきによりFeCoめっき薄膜19bを形成してなる磁性薄膜は、以下で説明するように高飽和磁束密度を有するとともに、低保磁力の磁性薄膜として得ることができ、磁気ヘッドのライトギャップを挟む磁極コアの少なくとも一部として使用することによって、記録密度の向上を効果的に図ることができる。

なお、下部磁極14に形成した端部磁極16の表面に設ける磁性層17を、このFeCo/NiFe積層膜を下地膜とし、めっきによりFeCoめっき薄膜を形成した磁性薄膜によって形成

することももちろん有効である。

#### 【0016】

次に、本発明に係る磁性薄膜の製造方法について説明する。

以下では、基板に $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ を使用して磁性薄膜を形成した例について説明する。まず、基板にめっき下地膜として $\text{FeCo/NiFe}$ 積層膜を形成する。 $\text{FeCo/NiFe}$ 積層膜は、 $\text{FeCo}$ 膜をスパッタにより成膜した後、 $\text{FeCo}$ 膜上に $\text{NiFe}$ 膜をスパッタにより成膜することによって形成する。本実施形態では、成膜時、基板との密着性を向上させるため、基板上に $\text{Ti}$ を厚さ $5\sim 10\text{nm}$ で成膜した。

#### 【0017】

$\text{NiFe}$ 膜は、およそ $\text{Ni}<45\text{wt}\%$ で結晶中に $\text{bcc}$ 構造が混在し保磁力の増加がおき、 $\text{Ni}>85\text{wt}\%$ で垂直異方性が発現し保磁力が増大する。したがって、 $\text{NiFe}$ スパッタ膜は、 $\text{fcc}$ 構造、かつ低保磁力となる組成範囲となるように、 $45\leq\text{Ni}\leq 85\text{wt}\%$ の組成で形成するのがよい。

図9は、 $\text{Ni80Fe}$ スパッタ膜と $\text{Fe70Co}$ スパッタ膜の $\text{FeCo}$ めっき液中での溶解速度を測定した結果を示す。 $\text{Ni80Fe}$ スパッタ膜と $\text{Fe70Co}$ スパッタ膜を基板表面に被着した試料を各々 $\text{FeCo}$ めっき液に浸漬し、スパッタ膜の残留付着量を時間経過とともに観察したものである。図9に示すように、 $\text{NiFe}$ スパッタ膜と $\text{FeCo}$ スパッタ膜の $\text{FeCo}$ めっき液中での溶解速度は著しく異なり、 $\text{NiFe}$ スパッタ膜は $\text{FeCo}$ スパッタ膜にくらべて溶解速度がはるかに遅く、 $\text{NiFe}$ スパッタ膜による $\text{FeCo}$ スパッタ膜の溶解防止効果が期待できることがわかる。

#### 【0018】

一方、 $\text{FeCo}$ スパッタ膜はできるだけ高い飽和磁束密度を示す組成範囲で使うことが望ましく、めっき膜によって形成される $\text{FeCo}$ めっき薄膜とほぼ同等な膜組成範囲、すなわち $50\leq\text{Fe}\leq 80\text{wt}\%$ の組成範囲で成膜する。

#### 【0019】

めっき下地膜の厚さは、めっき膜の分布に影響するシート抵抗の大きさ、めっき下地膜の飽和磁束密度、めっき時にめっき下地膜が溶解することなどを考慮して設定する。

下地膜が薄いとシート抵抗が上がり、めっき膜の膜厚のばらつきが大きくなる。 $\text{FeCo}$ および $\text{NiFe}$ は厚さ $100\text{nm}$ 以上になるとシート抵抗が $4\Omega/\text{sq}$ 以下となる。下地膜の厚さとしては、シート抵抗が $4\Omega/\text{sq}$ 以下となる $100\text{nm}$ 以上とするのがよい。成膜条件を調節することによって、下地膜の膜厚のばらつきの分布を $\pm 5\%$ 以下に抑制することができる。

#### 【0020】

$\text{FeCo/NiFe}$ 積層膜からなる下地膜は、 $\text{NiFe}$ スパッタ膜と $\text{FeCo}$ スパッタ膜の膜厚バランスにより、めっき液中における下地膜の溶解抑制力と、下地膜の飽和磁束密度が変動する。 $\text{FeCo/NiFe}$ 積層膜の飽和磁束密度は $\text{NiFe}$ 膜厚が厚くなるほど低下し、 $\text{FeCo}$ 膜の溶解を抑制する効果は $\text{NiFe}$ 膜厚が薄くなるほど低下する。すなわち、 $\text{FeCo/NiFe}$ 積層膜の飽和磁束密度を大きくするためには $\text{NiFe}$ 膜厚を薄くすることが望ましいのであるが、 $\text{NiFe}$ 膜厚を薄くし過ぎると $\text{FeCo}$ 膜の溶解を抑制する効果が得られなくなる。 $\text{NiFe}$ 膜による $\text{FeCo}$ 膜の溶解抑制効果が見られる最小膜厚は $10\text{nm}$ である。したがって、 $\text{NiFe}$ 膜厚は $10\text{nm}$ 以上必要であり、本実施形態においては、 $\text{NiFe}$ 膜厚を $20\text{nm}$ とし、 $\text{FeCo/NiFe}$ 積層膜からなる下地膜の全体の厚さを $150\text{nm}$ とした。

#### 【0021】

上記下地膜に $\text{FeCo}$ めっき薄膜によるめっき膜を形成する場合の、めっき浴組成を表1に、めっき成膜条件を表2に示す。めっき液は、 $\text{Co}$ 、 $\text{Fe}$ イオンを供給するために、それぞれの金属の硫酸塩試薬と、硼酸、導電性付与剤、応力緩和剤からなっている。



【表 1】

試薬	濃度(g/l)
硼酸	8~40
導電性付与剤	4~60
硫酸第一鉄	5~25
硫酸コバルト	3~25
応力緩和剤	0.2~3
界面活性剤	0~1

【表 2】

成膜条件	
浴温度(°C)	15~35
pH	2.0~3.0
平均電流密度(mA/cm <sup>2</sup> )	3~50
デューティー比(%)	5~50
周波数(Hz)	0.1~100

応力緩和剤は、構造中に[=C-SO<sub>2</sub>-][-C-N-]を含む有機物を用い、本実施形態においては、サッカリンナトリウムを使用した。構造中に[=C-SO<sub>2</sub>-][-C-N-]を含む応力緩和剤は、構造中のN元素の化学吸着力で金属イオンまたは金属膜界面に吸着し、膜中にSが混入することで膜の応力を緩和し、膜表面を平滑にする。

## 【0022】

このような応力緩和剤以外に、たとえば1、3、6ナフタレントリルスルホン酸3ナトリウム、1、5ナフタレンジルスルホン酸2ナトリウムなどのような、構造中に[=C-SO<sub>2</sub>-]を有し、[-N-]を有しないものも一般的に知られる試薬であり、FeCoめっき浴への添加が可能であるが、[=C-SO<sub>2</sub>-][-C-N-]を含む有機添加剤のほうがFeCoの応力緩和効果が大きく、添加剤としてより好ましい。

また、応力緩和剤の膜中への混入量は、それ自身の化学吸着力以外に、液中の他イオンが補助的に作用し変化する。たとえば、液中にアンモニウムイオンのような窒素を含むイオンが存在すると、窒素の化学吸着力で、応力緩和剤の膜中への混入を促進する。これは、特にレジストパターンが存在するときに顕著となるが、あまりにも促進効果が高いと、応力緩和以外にめっき膜の飽和磁束密度の低下を促進することになるため、望ましくない。

## 【0023】

応力緩和剤に、構造中に[=C-SO<sub>2</sub>-][-C-N-]を含む有機物を用いる場合は、導電性付与剤の組み合わせを考慮する必要がある。導電性付与剤はカチオンがアルカリ金属、または水素元素である塩化物、硫酸塩、またはスルファミン酸塩試薬を用い、たとえば塩化ナトリウム、塩化カリウム、塩化リチウム、硫酸ナトリウムなどを使用することもできる。

図10にカチオンを変えたときの、めっき膜の飽和磁束密度Bsの組成依存性を、表4に導電性付与剤のカチオン種が異なるときのFeCoめっき膜中の不純物濃度を示す。

【表 4】

ポジティブイオン種	アルカリ金属	アンモニウムイオン	アルカリ金属	アンモニウムイオン
B	9.00E-05	9.00E-05	0	4.10E-04
Na	7.00E-03	1.00E-05	1.90E-03	0
K	1.00E-05	0	1.60E-04	1.80E-04
Fe	1	1	1	1
Co	1.00E-01	9.00E-02	2.10E-01	2.70E-01
ネガティブイオン種	アルカリ金属	アンモニウムイオン		
H	7.00E-01	8.00E-01	3.50E-01	6.00E-01
C	5.00E+00	7.00E+00	5.00E+00	1.30E+01
O	4.00E+01	5.00E+01	4.00E+01	1.60E+03
F	9.00E-03	5.00E-03	0	9.00E+00
CN	5.00E-02	2.00E-01	0	1.40E+00
S	8.00E+00	1.00E+01	1.50E+02	3.60E+02
Cl	4.00E+00	8.00E+00	4.00E+00	1.40E+01
Fe	1	1	1	1
Co	2.00E+00	2.00E+00	4.00E+00	4.00E+00

不純物濃度の測定は、SIMSにより行い、Feイオンの濃度(検出ピーク強度)を1としたときの、他元素の強度比で示す。これより、導電性付与剤のカチオンがアンモニウムイオンのときよりも、アルカリ金属のときの方が、めっき膜の飽和磁束密度の低下を抑制でき、わずかであるが、導電性付与剤のカチオンがアルカリ金属の方が、FeCoめっき膜中の不純物元素濃度を抑制できていることがわかる。

## 【0024】

塩化アンモニウムも導電率が高く優れた導電性付与剤であるが、応力緩和剤がサッカリンナトリウムの場合、カチオンがアルカリ金属の場合よりも、めっき膜の飽和磁束密度を低下させる傾向にあるため、導電性付与剤としてはカチオンがアルカリ金属の試薬を使用することが望ましい。本実施形態では導電性付与剤として塩化ナトリウムを使用した。

## 【0025】

FeCoめっき薄膜は、上述したように $Al_2O_3$ -Tic/Ti/FeCo/NiFeの層構成からなる基板に電解めっき法により成膜した。電解めっきは、約35kA/mの直流磁界中で行った。

次に、電解めっきによってFeCoめっき薄膜を成膜する条件について説明する。

めっき液のpHは電流効率と鉄イオンの酸化抑制の観点から、pH2.0~3.0で成膜することが望ましい。本実施形態では、pH2.3で成膜した。pHの調整は硫酸で行ったが塩酸での調整も可能である。pHを高くするためにはアンモニアを使用することができる。水酸化ナトリウムはめっき液中に添加と同時に水酸化物の沈殿を形成しやすいため、使わないほうが無難である。

## 【0026】

電流は、パルス電流を印加した。パルス電流条件は、平均電流密度を3~50mA/cm<sup>2</sup>とし、デューティーサイクル5~50%、周波数0.1~100Hzで行った。直流電流で成膜することも可能であり、めっき膜の飽和磁束密度および保磁力はほぼ同等な値が得られるが、直流電流で成膜した場合は、パルス成膜したFeCoめっき薄膜よりも表面粗さが大きくなる傾向がある。パルス電流で成膜したFeCoめっき薄膜は $Ra \leq 5nm$ を示し、NiFeめっき膜並みの良好な平坦性を示した。

めっき浴温度は15~35℃で行ったが、あまり温度を高くすると、鉄の酸化が促進され浴

寿命を短くするため30℃以下で成膜することが望ましい。

【0027】

表3に、下地膜をNiFe膜とした場合と、FeCo膜とした場合でのFeCoめっき薄膜の困難軸方向の保磁力と配向性比を示す。

【表3】

下地膜	下地膜構造・配向性	FeCoめっき膜保磁力 (A/m)	FeCoめっき膜配向性 I110/I220
NiFe	fcc構造、(111)配向	600以下	0.5~0.8
FeCo	bcc構造、(110)配向	750以上	0.9以上

また、図3は、FeCoスパッタ膜上にFeCoめっき薄膜を成膜した従来の膜構造におけるFeCoめっき薄膜の困難軸方向の保磁力の組成依存性を示す。図4は、同様の従来の膜構造におけるFeCoめっき薄膜のX線回折パターンを示す。

また、図5は、FeCo/NiFe積層膜を下地膜としてFeCoめっき薄膜を成膜した本発明の膜構造における困難軸方向の保磁力の組成依存性を示し、図6は、本発明の膜構造におけるX線回折パターンを示す。また、図7は、本発明の膜構造で得られるFeCoめっき薄膜のX線回折ピークのbcc(110)とbcc(200)の強度比と困難軸方向の保磁力の関係を示し、図8は、本発明の膜構造におけるFeCoめっき薄膜の飽和磁束密度の組成依存性を示す。

【0028】

これらの結果から、FeCoめっき薄膜をFeCoスパッタ膜上に成膜した従来の膜構造と、NiFe/FeCoスパッタ積層膜上に成膜した本発明の膜構造とで、両者の結晶配向性が変わり、前者はbcc(110)にほとんど配向しているが、後者はbcc(200)配向性が強くなる傾向が見られた。

このとき、前者の困難軸方向の保磁力は、高飽和磁束密度が期待できる $50 \leq \text{Fe} \leq 80\text{wt}\%$ の範囲で600A/m以上であった。これに対して、NiFe/FeCo積層膜上に成膜したときは、X線回折ピークで、bcc(110)とbcc(200)の比をとったI110/I200と、困難軸方向保磁力の関係より、 $I110/I200 < 0.8$ に制御された範囲で、困難軸方向の保磁力が600A/m以下となることが示された。

これにより、FeCo/NiFe積層膜上に成膜したFeCoめっき薄膜では、 $50 \leq \text{Fe} \leq 80\text{wt}\%$ で600A/m以下の保磁力を実現でき、 $65 \leq \text{Fe} \leq 75\text{wt}\%$ の組成範囲では、400A/m以下の磁性膜を得ることができた。このとき、飽和磁束密度は $50 \leq \text{Fe} \leq 80\text{wt}\%$ の範囲で2.25T以上となり、 $65 \leq \text{Fe} \leq 75\text{wt}\%$ の範囲で2.3T以上となった。なお、 $\text{Fe} \approx 70\text{wt}\%$ とすることで、 $B_s = 2.35\text{T}$ 、かつ困難軸方向保磁力400 A/m以下の特性を得ることができた。

【0029】

この下地膜によるめっき膜配向性制御効果は、柱状成長しやすく結晶粒径の粗大化が起りやすいbcc構造の膜に効果的であり、同様の効果が、図11に示す、Fe80Co20、Fe40Co60、Fe40Co40Ni20、Fe70Co10Ni20、 $\text{Ni} \geq 1\text{wt}\%$ の台形エリアで囲まれた組成範囲を有し、飽和磁束密度  $B_s = 2.2\text{T}$ を有するFeCoNiめっき薄膜の低保磁力化についても有効であることを確かめた。

【0030】

次に、FeCoRuめっき薄膜からなる磁性薄膜について説明する。

表5に、FeCoRuめっき薄膜を形成するめっき浴の組成を示し、表6に成膜条件を示す。

【表 5】

試薬	濃度(g/l)
硼酸	8~40
導電性付与剤	4~60
硫酸第一鉄	5~25
硫酸コバルト	3~25
塩化ルテニウム	0.001~0.1
応力緩和剤	0.2~3
界面活性剤	0~1

【表 6】

成膜条件	
浴温度(°C)	20~35
pH	2.0~3.0
平均電流密度(mA/cm <sup>2</sup> )	3~25
デューティー比(%)	5~75
周波数(Hz)	0.1~100

図 1 2 は、FeCoRuめっき薄膜のB-Hカーブであり、図 1 3 は、FeCoめっき薄膜のB-Hカーブである。図 1 4 は、FeCoRuめっき薄膜についてのRu含有量に対する保磁力の変化を示す。これより、Ru≒0.65at%の添加により、FeCoRuめっき薄膜は保磁力が明らかに小さくなり、160A/m以下になることがわかる。これは、Ruを添加したことにより、FeCoめっき薄膜の結晶粒を20~50nmから数nmに微細化させ、柱状成長を抑制した効果によると考えられる。

## 【0031】

FeCoRuめっき薄膜は、Ruを添加したことにより飽和磁束密度Bsが約1.9Tとなり、FeCoめっき薄膜の飽和磁束密度に比べて低くなる。したがって、磁気ヘッドのライトギャップ近傍の磁性層として使用することは有効ではないが、低保磁力を有する高飽和磁束密度材料であるから、ライトギャップを挟んで配置される上部磁極あるいは下部磁極の磁気コア材料として有効に利用することが可能である。なお、FeCoRuめっき薄膜を形成する場合の下地膜の膜構造はとくに限定されるものではない。

## 【0032】

(付記 1) FeCo/NiFe積層膜と、該FeCo/NiFe積層膜を下地膜としてめっきにより形成されたFeCoめっき薄膜とから成ることを特徴とする磁性薄膜。

(付記 2) FeCoめっき薄膜が、結晶構造としてbcc(110)、bcc(200)、bcc(220)のX線回折ピークを有し、かつbcc(110)とbcc(200)の回折強度の比がI110/I200<0.8であることを特徴とする付記 1 記載の磁性薄膜。

(付記 3) FeCoめっき薄膜が、 $\text{Fe}_x\text{Co}_{1-x}$  ( $50 \leq x \leq 80\text{wt}\%$ ) で示される組成を有し、飽和磁束密度  $B_s \geq 2.25\text{T}$ 、かつ困難軸方向の保磁力  $H_c \leq 600 \text{ A/m}$  の特性を有することを特徴とする付記 1 記載の磁性薄膜。

(付記 4) FeCoめっき薄膜が、 $\text{Fe}_x\text{Co}_{1-x}$  ( $65 \leq x \leq 75\text{wt}\%$ ) で示される組成を有し、飽和磁束密度  $B_s \geq 2.3\text{T}$ 、かつ困難軸方向の保持力  $H_c \leq 400 \text{ A/m}$  の特性を有することを特徴とする付記 1 記載の磁性薄膜。

(付記 5) FeCo/NiFe積層膜におけるNiFe膜が、Ni含有率  $45 \leq \text{Ni} \leq 85\text{wt}\%$  であり、かつfcc構造であることを特徴とする付記 1 記載の磁性薄膜。

(付記 6) FeCo/NiFe積層膜の全体の厚さが100nm以上であり、かつNiFe膜の厚さが10nm以上であることを特徴とする付記 1 記載の磁性薄膜。

(付記 7) FeCo/NiFe 積層膜を下地膜としてめっきにより FeCoめっき薄膜を形成してなる付記 3 または 4 記載の磁性薄膜の製造方法であって、前記 FeCoめっき薄膜をパルスめっきによって形成することを特徴とする磁性薄膜の製造方法。

(付記 8) FeCo/NiFe 積層膜を下地膜としてめっきにより FeCoめっき薄膜を形成してなる付記 3 または 4 記載の磁性薄膜の製造方法であって、めっき液として、 $[-C-SO_2-][-C-N-]$  構造を含む有機添加剤が添加されためっき液を使用して、前記 FeCoめっき薄膜を形成することを特徴とする磁性薄膜製造方法。

(付記 9) 前記めっき液として、カチオンがアルカリ金属である導電性付与剤を添加しためっき液を使用することを特徴とする付記 8 記載の磁性薄膜の製造方法。

(付記 10) ライトギャップを挟んで上部磁極と下部磁極が形成された磁気ディスク装置用の磁気ヘッドにおいて、前記上部磁極および下部磁極のライトギャップ近傍に設ける磁性膜として、付記 1～6 のいずれか一項記載の磁性薄膜が使用されていることを特徴とする磁気ヘッド。

(付記 11) FeCoRu の合金組成が  $Fe_xCo_yRu_z$  ( $x+y+z=100at\%$ ) で表され、Fe の組成比が  $50 \leq x \leq 80at\%$ 、Co の組成比が  $20 \leq y \leq 50at\%$ 、Ru の組成比が  $0.2 \leq z \leq 1at\%$ 、である FeCoRuめっき薄膜からなることを特徴とする磁性薄膜。

(付記 12) FeCoRuめっき薄膜が、飽和磁束密度  $B_s \geq 1.9T$ 、困難軸方向の保磁力  $H_c \leq 16$  Oe/m の特性を有することを特徴とする付記 11 記載の磁性薄膜。

(付記 13) ライトギャップを挟んで上部磁極と下部磁極が形成された磁気ディスク装置用の磁気ヘッドにおいて、コア磁極材として、付記 11 または 12 記載の磁性薄膜が使用されていることを特徴とする磁気ヘッド。

#### 【図面の簡単な説明】

##### 【0033】

【図 1】本発明を適用する磁気ヘッドの断面模式図である。

【図 2】従来の膜構造の磁気ヘッドの断面模式図である。

【図 3】従来の膜構造における FeCoめっき膜の困難軸方向保磁力の組成依存性を示すグラフである。

【図 4】従来の膜構造における FeCoめっき膜の X 線回折パターンを示すグラフである。

【図 5】本発明の膜構造における困難軸方向の保磁力の組成依存性を示すグラフである。

【図 6】本発明の膜構造における X 線回折パターンを示すグラフである。

【図 7】本発明の膜構造で得られる FeCoめっき膜の X 線回折ピークで、bcc(110) と bcc(200) の強度比を取り、その強度比と困難軸方向の保磁力の関係を示すグラフである。

【図 8】本発明の膜構造における FeCoめっき膜の飽和磁束密度の組成依存性を示すグラフである。

【図 9】Ni80Fe スパッタ膜と Fe70Co スパッタ膜の FeCoめっき液中での溶解速度を示すグラフである。

【図 10】めっき浴に添加する導電性付与剤のカチオン種が異なるときの FeCoめっき膜の  $B_s$  の組成依存性を示すグラフである。

【図 11】FeCoNi 合金薄膜の組成範囲を示す説明図である。

【図 12】FeCoRu(Ru<1at%)めっき膜の B-H カーブを示すグラフである。

【図 13】FeCoめっき膜の B-H カーブを示すグラフである。

【図 14】FeCoめっき膜の Ru 含有量に対する困難軸方向の保磁力の変化を示すグラフである。

#### 【符号の説明】

##### 【0034】

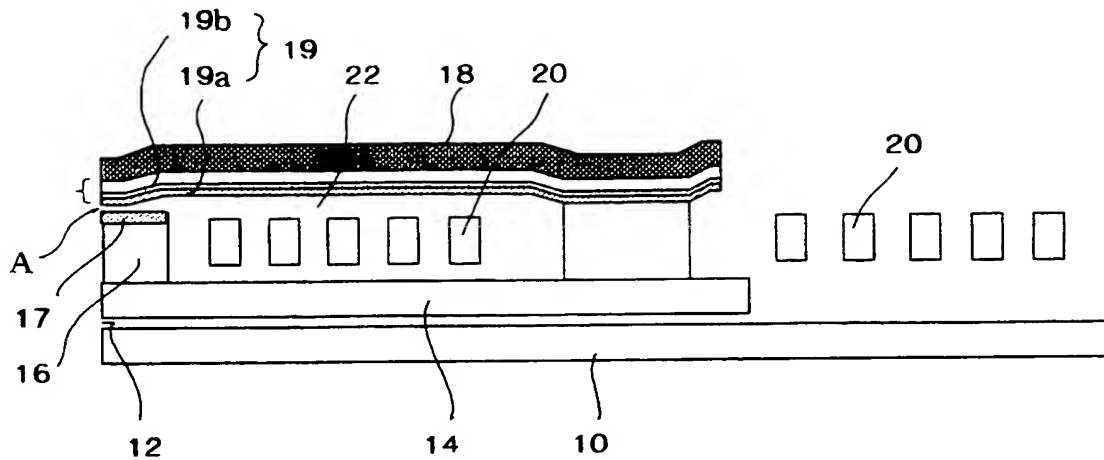
10 下部シールド層

12 MR ヘッド

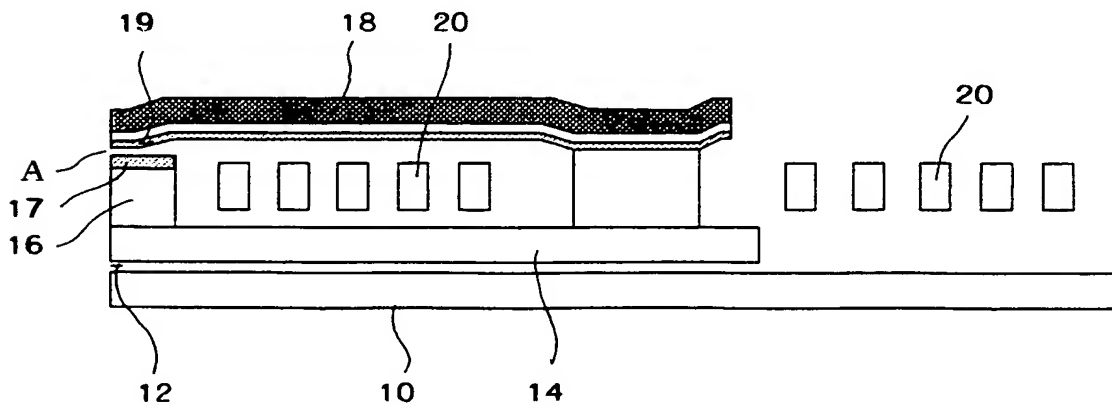
- 1 4 下部磁極
- 1 6 端部磁極
- 1 7 磁性層
- 1 8 上部磁極
- 1 9 磁性薄膜
- 1 9 a 下地膜
- 1 9 b FeCoめっき薄膜

【書類名】 図面

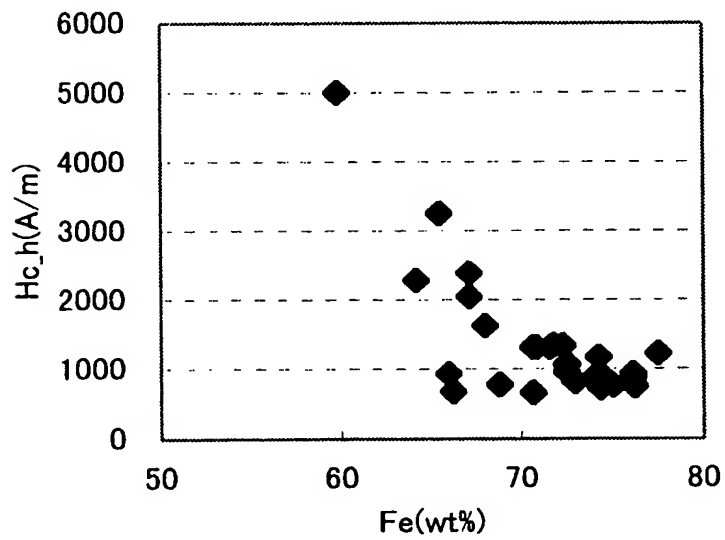
【図 1】



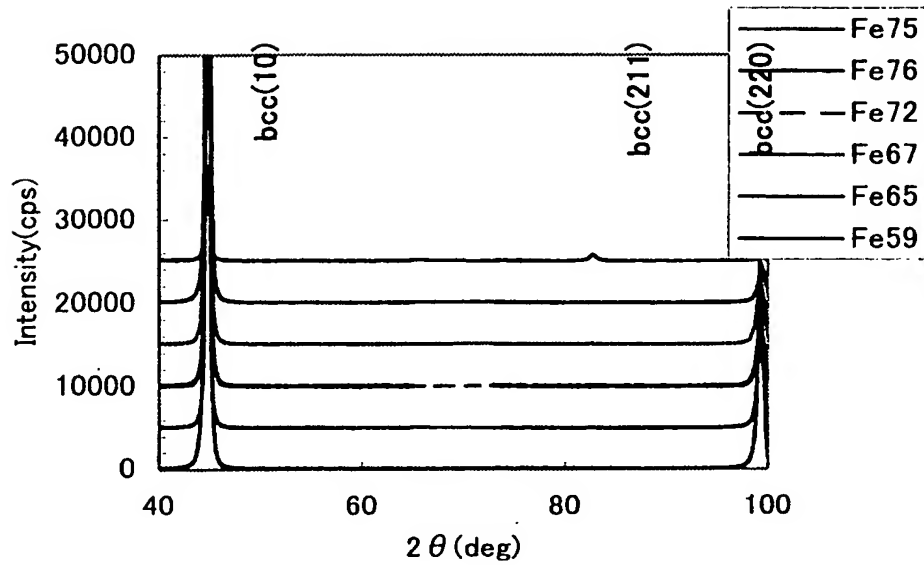
【図 2】



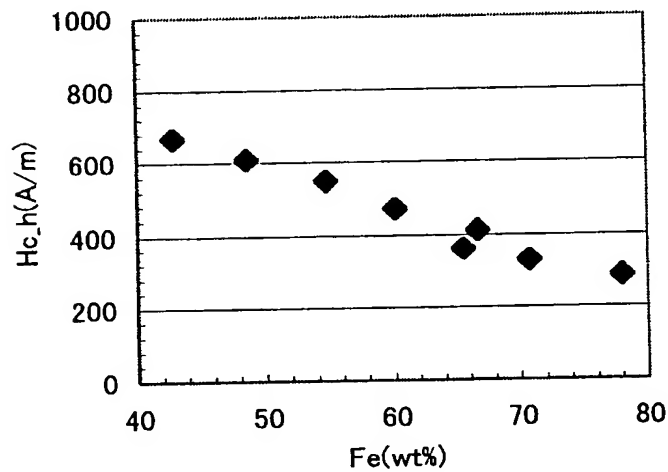
【図 3】



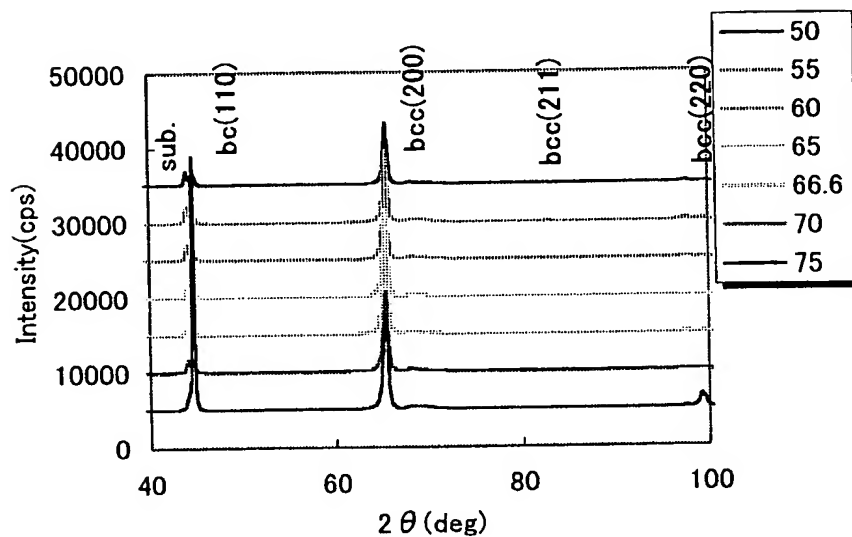
【図 4】



【図 5】

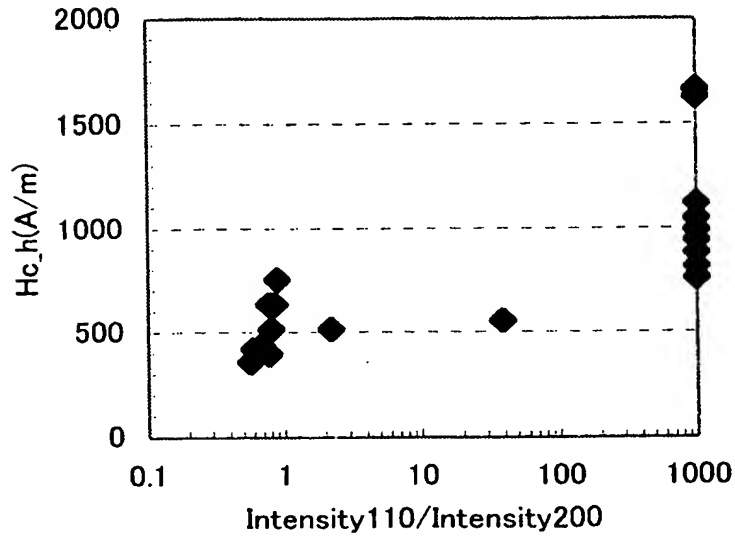


【図 6】

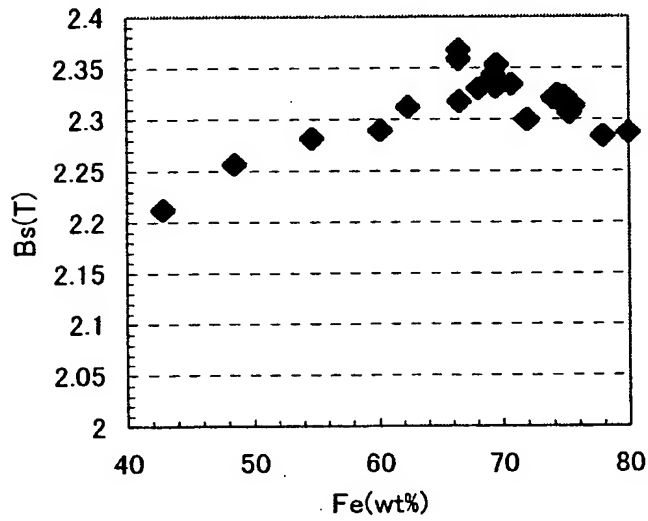




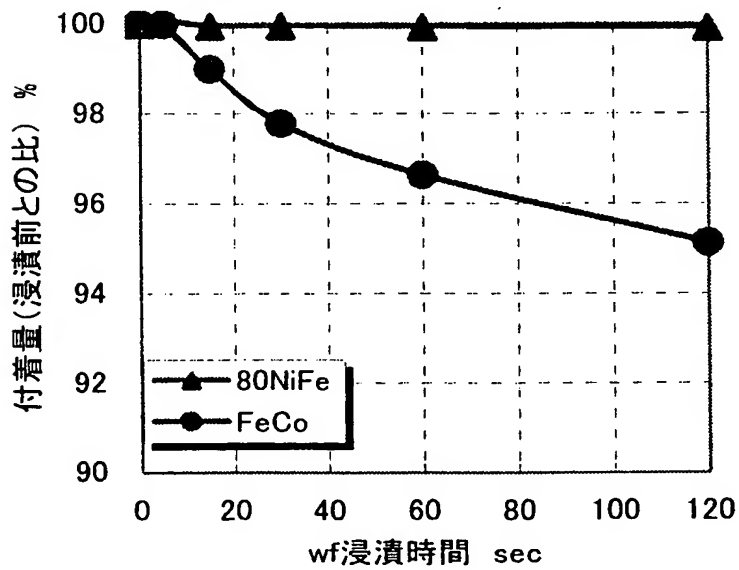
【図 7】



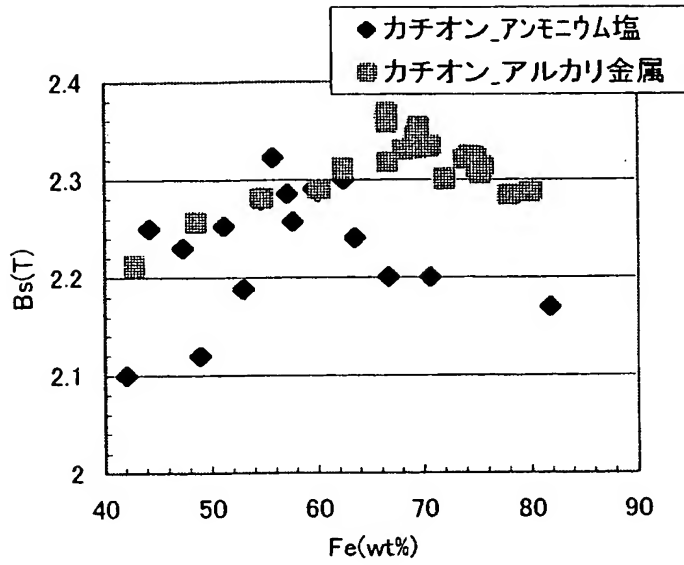
【図 8】



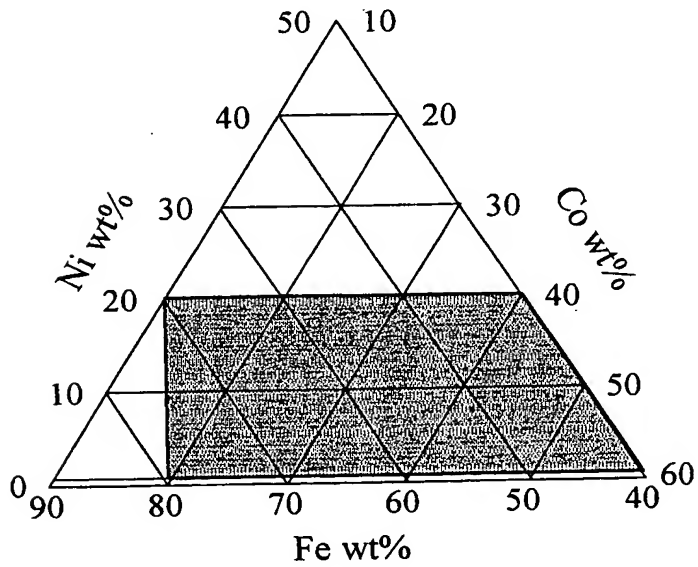
【図 9】



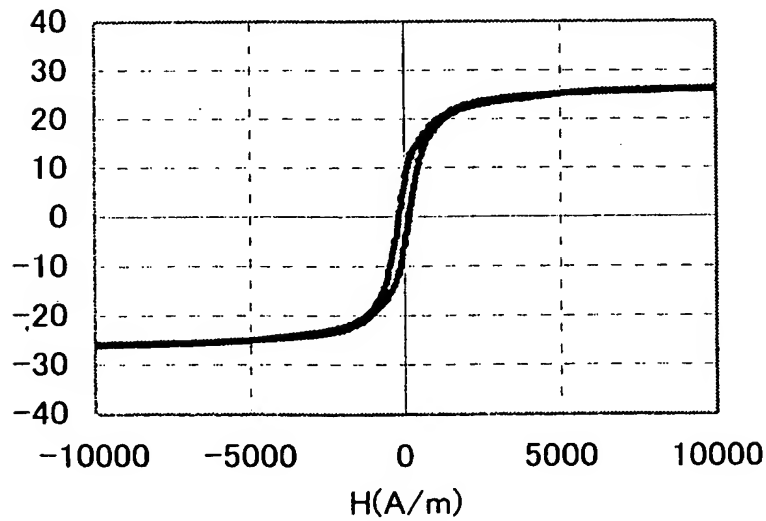
【図 10】



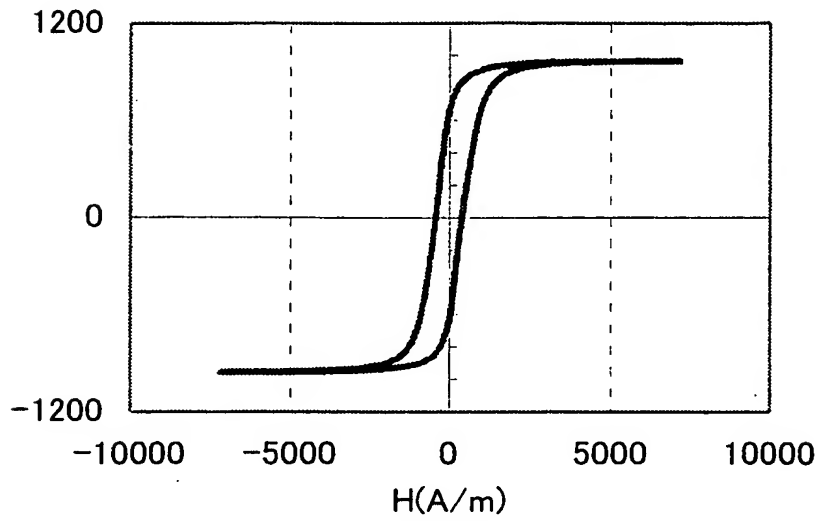
【図 11】



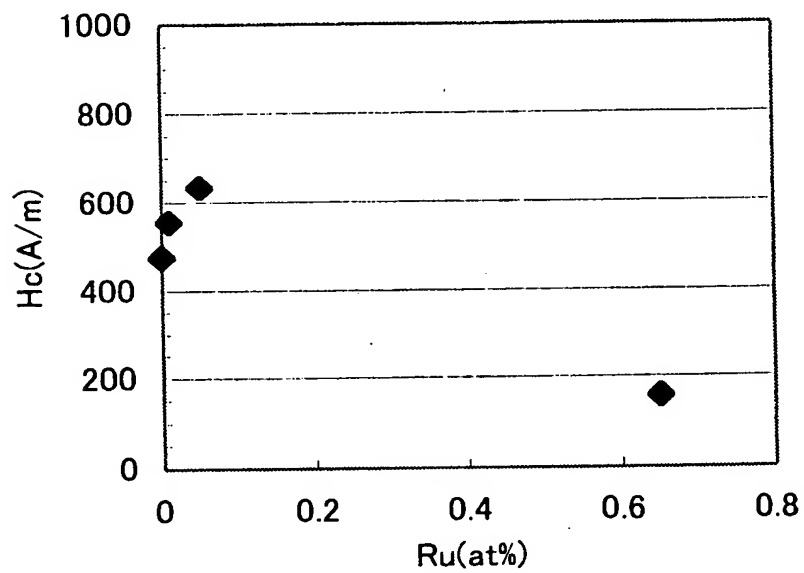
【図 12】



【図 13】



【図 14】



## 【書類名】 要約書

## 【要約】

【課題】 高い飽和磁束密度を備えるとともに優れた軟磁性特性を備え、磁気ディスク装置の磁気ヘッドを構成する磁極材等として好適に使用することができる磁性薄膜およびその製造方法等を提供する。

【解決手段】 本発明に係る磁性薄膜は、FeCo/NiFe積層膜をめっき下地膜19aとし、このめっき下地膜19aにFeCoめっき薄膜19bを形成したことを特徴とする。FeCoめっき薄膜19bの結晶構造を、bcc(110)、bcc(200)、bcc(220)のX線回折ピークを有し、かつbcc(110)とbcc(200)の回折強度の比が $I_{110}/I_{200} < 0.8$ となるように制御することによって、飽和磁束密度Bsを劣化させることなく、保磁力が600 A/m以下という良好な軟磁気特性を有する磁性薄膜を得ることができる。

【選択図】 図1

特願 2 0 0 3 - 3 1 7 0 4 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [ 0 0 0 0 0 5 2 2 3 ]

1. 変更年月日 1 9 9 6 年 3 月 2 6 日

[変更理由] 住所変更

住 所 神奈川県川崎市中原区上小田中 4 丁目 1 番 1 号  
氏 名 富士通株式会社